

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## 電子写真用現像粉

特 願 昭 40-54420  
 出 願 日 昭 40.9.7  
 発 明 者 荒川旭児  
 東京都港区芝罘平町2の1保土谷  
 化学工業株式会社内  
 同 上田英二  
 同 所  
 同 前田和雄  
 東京都杉並区久我山2の710岩  
 崎通信機株式会社内  
 同 柴崎侑久  
 同 所  
 出 願 人 保土谷化学工業株式会社  
 東京都港区芝罘平町2の1  
 代 表 者 吉田一郎  
 出 願 人 岩崎通信機株式会社  
 東京都杉並区久我山2の710  
 代 表 者 大橋幹一

## 発明の詳細な説明

本発明は電子写真用現像粉に関するものである。

電子写真は光導電性物質等により構成された光導電体上に静電潜像を形成しこれを粉末現像剤で現像して顕像化しさらに熱あるいは溶剤で定着する方法が一般的である。この他静電記録として絶縁性樹脂を塗布した記録紙に静電図形を形成し、これを同様に粉末現像剤で現像、定着する方法がある。

このような電子写真の粉末現像剤としてトナーと呼ばれる着色微粒子粉末とキャリアと呼ばれる微小なガラス玉、鉄粉、その他の無機物質との混合物が使用される。

本発明はこのトナーと呼ぶ現像粉に関するものである。

光導電体層および静電記録紙は正または負に荷電することができるので、オリジナルの下で露光または走査図形に対応する静電図形を形成した後正または負の静電潜像が得られる。そこで負の静電潜像上に正に帯電した現像粉で現像するとオ

リジナルと一致したポジポジ像が生ずる。

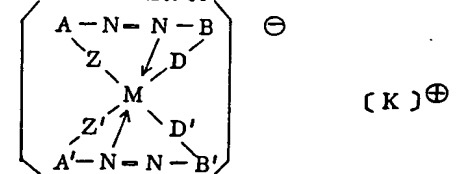
しかし負の静電潜像上に負に帯電した現像粉で現像を行うと黒白のトーンが逆になつてオリジナルの陰画すなわちポジネガ像が得られる。このように電子写真用の現像粉としては正に帯電した現像粉と負に帯電した現像粉の二種類がある。

本発明はこのうち負に帯電する現像粉に関するものである。

一般に現像粉は合成樹脂に染料、顔料等の着色剤を混合した微粒子粉末である。現像粉の極性を負に帯電するため、それに混合する染料は着色とともにその静電特性が重要な役割を果している。とくに着色剤として従来使用されている染料、顔料はほとんど正に帯電するものが多く、負に帯電するとしても極性が弱く、正反像が入りまじつたり、カブリを生じたりして鮮明な画像が得られなかつた。

本発明者らは、この点に着目して負の特性を有し、とくに使用樹脂との相容性がきわめて良好な顔料を開発したものである。この結果従来使用されていた着色剤の欠点をすべて改良した静電特性の優秀な現像粉を製造することができた。

本発明は、一般式、



〔式中、AとA'はO-アミノフェノール、4-クロール-2-アミノフェノール、4または5-ニトロ-2-アミノフェノール、4,6-ジクロール-2-アミノフェノールおよびアントラニル酸からなる群から選ばれた化合物の残基を表わし、同一または異なるものとし、BとB'はβ-ナフトール、β-ナフチルアミン、N-メチル-β-ナフチルアミン、1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン、クレゾールおよびアセト酢酸アニリドからなる群から選ばれた化合物の残基を表わし、同一または異なるものとし(ただし同時にAとA'が5-ニトロ-2-アミノフェノールを表わし、かつBとB'がβ-ナフトールを表わすことはない)、ZとZ'はアゾ基に対してオルト位に存在し、それぞれ-O-または-OO-を表わし、かつこれら

は同一または異なるものとし、DとD'はアゾ基に対してオルト位に存在し、それぞれ-O-、-NH-または-N・アルキル-を表わし、かつこれらは同一または異なるものとし、Mは金属原子を表わし、Kはドデシルアミン、キシリジンまたはドデシルエタノールアミンから誘導されるカチオン成分を表わすかあるいはヘキサデシルトリメチルアンモニウムハロゲンイドまたは塩基性染料のカチオン成分を表わすものとする。]

で表わされる2:1型金属錯塩顔料を着色剤として含有する電子写真用現像粉である。

上記顔料は静電的に負に帯電する性質を有し、したがって適当な現像粉用樹脂と所望の割合で混合して負に帯電する現像粉をきわめて容易にうることができる。

また上記顔料は第4級アンモニウムカチオンとの塩でない2:1型金属錯塩顔料と比較して現像粉用樹脂に対する相容性がよく、静電特性もすぐれている。

本発明の現像粉に使用する染料のジアゾ成分としては、上記のとおりO-アミノフェノール、4-クロル2-アミノフェノール、4または5-ニトロ-2-アミノフェノール、4,6-ジクロル-2-アミノフェノール、アントラニル酸があげられ、またカップリング成分としては、 $\beta$ -ナフトール、 $\beta$ -ナフチルアミン、N-メチル- $\beta$ -ナフチルアミン、1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン、クレゾール、アセト酢酸アニリドがあげられる。また上記一般式中のKで示される成分として使用される化合物としては、ドデシルアミン、キシリジン、ドデシルエタノールアミン、ドデシルジエタノールアミンなどの塩酸塩、ヘキサデシルトリメチルアンモニウムブロミドおよびローダミン、オーラミン、メチルバイオレット、クリスタルバイオレットなどのカチオン性染料があげられる。

なお、上記一般式中のMで示される金属原子としては、鉄、アルミニウム、バナジウム、コバルト、クロムおよび亜鉛などがあり、とくにクロムおよびコバルトが好適である。

本発明の現像粉は、上記構造の顔料の一種または数種を合成樹脂に対し重量比で1~50%の範囲で熔融混合し、固化した後ボールミルその他の粉碎機で粉碎するか、または合成樹脂モノマーに重合開始剤を加え、これに顔料の一種または数種をモノマーに対して重量比で1~50%の範囲で加え、混合物を水中に懸濁しながら重合すること

により製造する。この際、顔料として他の着色を加えても差支えない。このようにして製造された現像粉は任意の色相を有し、負の帯電量が大きく、したがって従来の負の現像粉に比較して非常に鮮明な像を作り、バイアスでもつて負の荷電補つてやる必要のない、優秀な現像粉が得られ

以下実施例により本発明を詳細に説明する。

#### 実施例 1

スチレン系合成樹脂100gと、4-クロル2-アミノ-1-フェノールをジアゾ化し、 $\beta$ -ナフトールとカップリングして得られるモノアゾ染料の2:1型クロム錯塩とドデシルジエタノールアミン塩酸塩との造塩結合によつて得られる顔料4gとを混合して加熱融解させ、冷却後ボールミル中で粉碎し、風力分級機で篩別して平均粒径15~20 $\mu$ を有し、大きく負に荷電する微細な現像粉を得た。次いで紫色に着色したこの現像粉を重量比3:100で直径100~150 $\mu$ の鉄粉と混合して現像剤を得た。酸化亜鉛紙をコロナ放電により6000Vに陰荷電し、原本を露光したのち、上記現像剤をその上に注ぐと、細分された現像剤が露光された個所に付着し、原本の陰画が得られた。これを加熱して融着させたところ、カブリなどなく、鮮明な画像が得られた。

#### 実施例 2

ビニル系合成樹脂100gと、4-ニトロ-2-アミノ-1-フェノールをジアゾ化し、 $\beta$ -ナフトールとカップリングして得られるモノアゾ染料の2:1型クロム錯塩染料とドデシルエタノールアミン塩酸塩との造塩結合によつて得られる顔料5gとを使用し、実施例1と同様な方法により青黒色の現像粉を得た。これを実施例1と同様に操作して撮像したところ、原本の陰画である鮮明な反転像を得た。

#### 実施例 3

スチレン系合成樹脂100gと5-ニトロ-2-アミノ-1-フェノールをジアゾ化し、1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロンとカップリングして得られるモノアゾ染料の2:1型コバルト錯塩染料とローダミンBとの造塩結合によつて得られる顔料4gとを使用し、実施例1と同様な方法により赤色の現像粉を得た。次いで無色の絶縁性の樹脂を塗布した白色の静電記録紙上に走査図形の電極を置き、電極に600V~1500Vの正の高電圧を印加して対応する正静電図形を形成させ、これに上記の現像粉と担体との混合物からなる現像剤を注ぎ、加熱して定着させたところ、

色剤  
され  
大き  
非常  
電を  
れる。

ル  
β  
アゾ  
アゾ  
いる顔  
ミール  
粒度  
細な  
像粉  
の鉄  
コロナ  
光し  
とされ  
陰画  
ころ。

コ-2  
ア-ナ  
アゾ染  
タノ  
いる顔  
より  
司様に  
鮮明

コ-2  
1-フ  
ツブリ  
コバル  
よつて  
可様な  
色の絶  
て走査  
00V  
影を形  
合物か  
ところ。

カブリのない鮮明な画像が得られた。

#### 実施例 4

アクリル系合成樹脂100gと、アントラニル酸をジアゾ化し、1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロンとカップリングして得られるモノアゾ染料の2:1型クロム錯塩染料とドデシルアミン塩酸塩との造塩結合によつて得られる顔料4gとを使用し、実施例1と同様な方法により黄色の現像粉を得た。これを実施例1と同様に操作して撮像したところ原本の陰画である鮮明な像を得た。

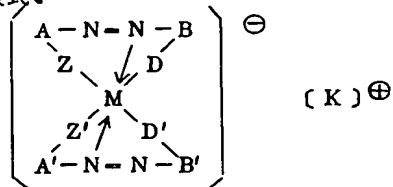
#### 実施例 5

スチレン単量体100g、アゾイソブチロニトリル10g、実施例2で使用した顔料3g、実施例3で使用した顔料1g、実施例4で使用した顔料1g、水酸化カルシウム50gおよび界面活性剤(有機二塩基酸アルキルエステルスルホン化物)1gをフラスコに入れ、水を加えて微細な懸濁液を調整した。次いでこれを加熱重合させたのち室温まで冷却し、塩酸を加えて水酸化カルシウムを完全に溶解した。このようにして得られた重合物を濾過し、充分水洗したのち乾燥して黒色の負静電荷を有する微細な現像粉を得た。

これを実施例1と同様に操作して撮像したところ、原本の陰画である鮮明な反転像を得た。また実施例3の方法により撮像して走査図形と同一な鮮明な画像を得た。

#### 特許請求の範囲

##### 1 一般式。



[式中、AとA'はO-アミノフェノール、4-クロル-2-アミノフェノール、4または5-ニトロ-2-アミノフェノール、4,6-ジクロル-2-アミノフェノールおよびアントラニル酸からなる群から選ばれた化合物の残基を表わし、同一または異なるものとし、BとB'はβ-ナフトール、β-ナフチルアミン、N-メチル-β-ナフチルアミン、1-フェニル-3-メチル-5-ピラゾロン、クレゾールおよびアセト酢酸アニリドからなる群から選ばれた化合物の残基を表わし、同一または異なるものとし(ただし同時にAとA'が5-ニトロ-2-アミノフェノールを表わしかつBとB'がβ-ナフトールを表わすことはない)、ZとZ'はアゾ基に対してオルト位に存在し、それぞれ-O-または-COO-を表わし、かつこれらは同一または異なるものとし、DとD'はアゾ基に対してオルト位に存在し、それぞれ-O-、-NH-または-N-アルキル-を表わし、かつこれらは同一または異なるものとし、Mは金属原子を表わし、Kはドデシルアミン、キシリジンまたはドデシルエタノールアミンから誘導されるカチオン成分を表わすかあるいはヘキサデシルトリメチルアンモニウムハロゲンまたは塩基性染料のカチオン成分を表わすものとする]で表わされる2:1型金属錯塩顔料を着色剤として含有する電子写真用現像粉。

#### 引用文献

特 公 昭41-12915